

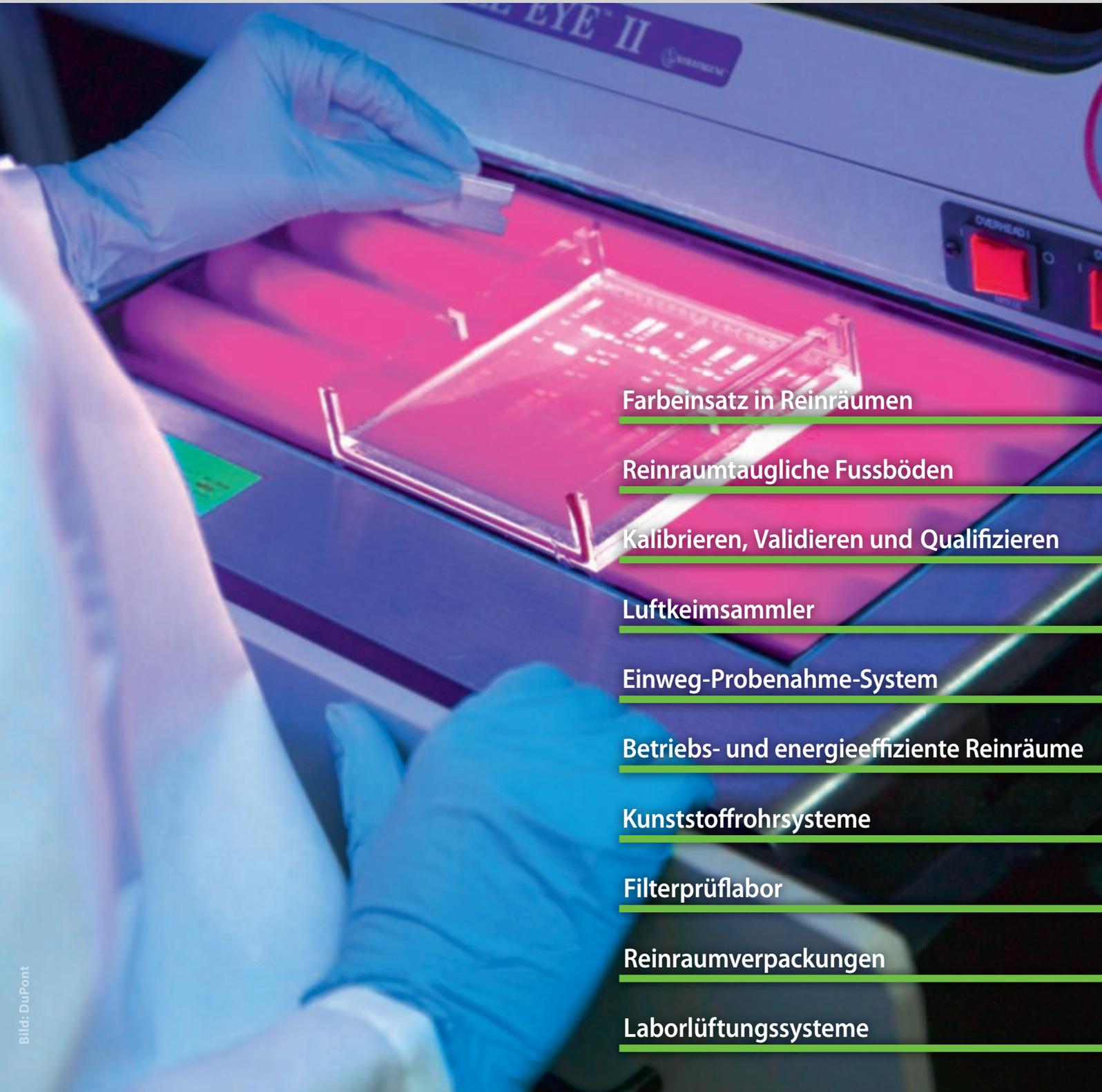


# contamination control report

2

September 2010

Offizielles Organ der Schweizerischen  
Gesellschaft für Reinraumtechnik **SRRT**



Farbeinsatz in Reinräumen

Reinraumtaugliche Fussböden

Kalibrieren, Validieren und Qualifizieren

Luftkeimsammler

Einweg-Probenahme-System

Betriebs- und energieeffiziente Reinräume

Kunststoffrohrsysteme

Filterprüflabor

Reinraumverpackungen

Laborlüftungssysteme



# Partikel- und VOC-Emissionen harzbasierender Industriefussböden

Die Sika Deutschland GmbH hat eine neue Generation selbstverlaufender Industriefussbodenbeschichtungen auf der Basis zweikomponentiger Epoxidharze auf den Markt gebracht. Sie wurden speziell für die Anforderungen im Reinraum entwickelt. Dabei wurde eine Verringerung der molekularen Emission – ohne Einbussen an mechanischer und chemischer Belastbarkeit – auf ein Dreissigstel gegenüber herkömmlichen Epoxidharz-Beschichtungen realisiert. Die Reinraumtauglichkeit dieser Beschichtungssysteme ist durch belastungsabhängige Partikelemissionsmessungen und darauf basierender ISO-Klassifizierung belegt.

Dipl.-Ing. (FH) Jochen Grötzinger,  
Sika Deutschland GmbH, Stuttgart

Die Trends zur Miniaturisierung von technischen Komponenten einerseits – wie beispielsweise die Verringerung der Strukturweiten elektronischer Bauteile in der Halbleiterindustrie – und steigende Anforderungen an die Produktqualität in Medizintechnik, Lebensmittel- und Pharmaindustrie andererseits führen zu stetig wachsenden Anforderungen an Produktionsprozesse und deren Umfeld. Daraus resultiert die Notwendigkeit unter «reinen» Bedingungen zu fertigen, das heisst, dass partikuläre sowie molekulare Verunreinigungen, die sich negativ auf den Produktionsprozess oder die Produktqualität auswirken, auf einem meist sehr niedrigen Niveau gehalten werden müssen.

In Reinräumen und zugeordneten reinen Bereichen sind die Konzentrationen luftgetragener Partikel und luftgetragener molekularer Verunreinigungen (airborne molecular contaminations, AMC) massgebliche Reinheitsfaktoren, die mithilfe konstruktiver Massnahmen geregelt werden. Neben der Filterung sind Temperatur, Feuchte, Druck und Luftwechselrate relevante Parameter, um Kontaminationen auf dem erforderlichen niedrigen Niveau zu halten. Wenngleich die Gewichtung der verschiedenen Reinheitsfaktoren branchenabhängig ist, kann trotzdem allgemein eine zunehmende Bedeutung reinheitstauglicher Materialien beobachtet werden.

Ein wesentlicher Aspekt der Klassifizierung von Reinräumen hängt von der Partikelreinheit der Luft ab und wird nach DIN EN ISO 14644 <sup>[1]</sup> in ISO-Klassen angegeben (Tabelle 1). Dabei spielen Anzahl und Grösse der Partikel die entscheidende Rolle. Der Gesamtwert der luftgetragenen molekularen

## Emissions de COV et de particules des sols industriels à base de résine

Sika Deutschland GmbH a lancé sur le marché une nouvelle génération de revêtements de sol industriels autonivelants à base de résines époxy à deux composants. Ils ont été mis au point spécialement pour les exigences en salle propre. L'émission moléculaire a été en l'occurrence réduite d'un trentième par rapport aux revêtements à base de résine époxy usuels, cela sans pertes de la capacité de charge chimique et mécanique. La convenance pour les salles propres de ces systèmes de revêtement est prouvée par des mesures d'émission de particules en fonction de la charge et par la classification ISO basée sur ces mesures.

## Particle and VOC emissions of resin-based industrial floors

Sika Deutschland GmbH has brought a new generation of self-running coatings for industrial floors on the market. The material based on two-component epoxy resins has been developed especially to meet the requirements of the clean room. Compared with conventional epoxy-resin coatings, Sika succeeded in reducing the molecular emission by a factor of thirty, and this without impairment of the mechanical and chemical resistances. Measurements of particle emissions depending on strains and the ISO classification based on these measurements are proof of the clean-room suitability of these coating systems.

Konzentration einer einzelnen Spezies oder einer Kontaminantenfamilie bestimmt dabei die Klassifizierung in ISO-AMC-Klassen (Tabelle 2).

## Molekulare Emissionen von Industriefussböden

Flüchtige Substanzen aus Werkstoffen oder aus Materialien der Produktionsumge-

bung, wozu auch Industriefussböden zählen, können prinzipiell ein Kontaminationsrisiko darstellen. Dass die Abscheidung von Organophosphorverbindungen und tertiären Aminen auf Wafern Schädigungen hervorruft, ist bekannt. Jedoch sind nahezu keine Erkenntnisse über die Auswirkung anderer Substanzen erhältlich. So geht man momentan den Weg, neben dem Aus-

ISO-Klassifizierungszahl (N)	Höchstwerte der Partikelkonzentrationen (Partikel je Kubikmeter Luft) gleich oder grösser als die beachteten Grössen, welche nachfolgend abgebildet sind.					
	0,1 µm	0,2 µm	0,3 µm	0,5 µm	1 µm	5 µm
ISO-Klasse 1	10	2	–	–	–	–
ISO-Klasse 2	100	24	10	4	–	–
ISO-Klasse 3	1000	237	102	35	8	–
ISO-Klasse 4	10000	2370	1020	352	83	–
ISO-Klasse 5	100000	23700	10200	3520	832	29
ISO-Klasse 6	1000000	237000	102000	35200	8320	293
ISO-Klasse 7	–	–	–	352000	83200	2930
ISO-Klasse 8	–	–	–	3520000	832000	29300
ISO-Klasse 9	–	–	–	35200000	8320000	293000

Tabelle 1: Partikelreinheitsklassen nach DIN EN ISO 14644-1.

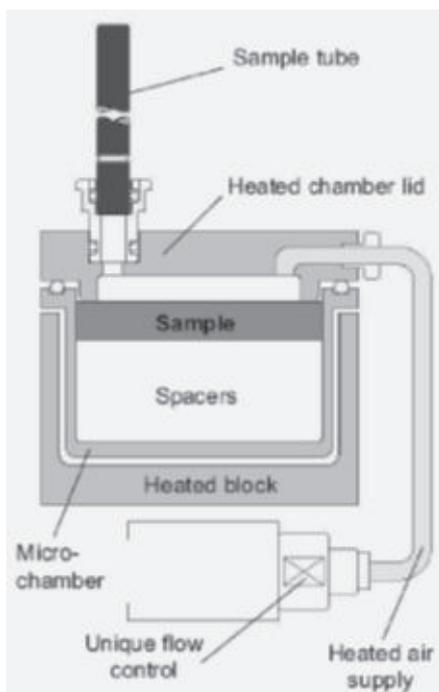
ISO-AMC-Klasse	Konzentration g/m <sup>3</sup>	Konzentration µm/m <sup>3</sup>	Konzentration ng/m <sup>3</sup>
0	10 <sup>0</sup> (1)	10 <sup>6</sup> (100 000)	10 <sup>9</sup> (1 000 000 000)
-1	10 <sup>-1</sup> (0,1)	10 <sup>5</sup> (100 000)	10 <sup>8</sup> (100 000 000)
-2	10 <sup>-2</sup> (0,01)	10 <sup>4</sup> (10 000)	10 <sup>7</sup> (10 000 000)
-3	10 <sup>-3</sup> (0,001)	10 <sup>3</sup> (1 000)	10 <sup>6</sup> (1 000 000)
-4	10 <sup>-4</sup> (0,0001)	10 <sup>2</sup> (100)	10 <sup>5</sup> (100 000)
-5	10 <sup>-5</sup> (0,00001)	10 <sup>1</sup> (10)	10 <sup>4</sup> (10 000)
-6	10 <sup>-6</sup> (0,000001)	10 <sup>0</sup> (1)	10 <sup>3</sup> (1 000)
-7	10 <sup>-7</sup> (0,0000001)	10 <sup>-1</sup> (0,1)	10 <sup>2</sup> (100)
-8	10 <sup>-8</sup> (0,00000001)	10 <sup>-2</sup> (0,01)	10 <sup>1</sup> (10)
-9	10 <sup>-9</sup> (0,000000001)	10 <sup>-3</sup> (0,001)	10 <sup>0</sup> (1)
-10	10 <sup>-10</sup> (0,0000000001)	10 <sup>-4</sup> (0,0001)	10 <sup>-1</sup> (0,1)
-11	10 <sup>-11</sup> (0,00000000001)	10 <sup>-5</sup> (0,00001)	10 <sup>-2</sup> (0,01)
-12	10 <sup>-12</sup> (0,000000000001)	10 <sup>-6</sup> (0,000001)	10 <sup>-3</sup> (0,001)

**Tabelle 2: ISO-AMC-Klassen nach DIN EN ISO 14644-8.**

schluss bekannter problematischer Emittenten die Gesamtemission auf ein Minimum zu reduzieren. Daraus ergibt sich die Notwendigkeit, Werkstoffe mit einer an die Problemstellung angepassten Analytik hinsichtlich ihrer molekularen Emissionen zu charakterisieren.

#### VOC-/AMC-Analytik

Die Methoden GC/MS bzw. GC-/MS-FID sind als Analysemethoden zur VOC-/AMC-Analytik etabliert. Die Verfahren der Emissionsmessung, im weiteren Sinne also der Probennahme und Probenaufgabe, sind dagegen mannigfaltig. Auch die DIN EN ISO 14644 schafft hier keine Klarheit, da kein konkretes Analyseverfahren vorgegeben wird. Oftmals werden hausinterne Messverfahren durchgeführt, die ganz speziell auf Fragestellungen des jeweiligen Produktionsprozesses abgestimmt und



**Bild 2: Prinzip der Thermoextraktion. Bild: µ-CTE, Markes International Ltd.**



**Bild 1: 1-m<sup>3</sup>-Emissionskammer mit online-FID. Bild: Sika Technology AG**

dem Materialzulieferer für den Reinraum weitgehend unbekannt sind.

Im Folgenden werden einige Messverfahren kurz beschrieben: Bei der Emissionskammermessung (Bild 1) wird ein Prüfkörper in eine Kammer gegeben und seine Emission unter genau definierten und kontrollierten Parametern gemessen, wie Luftwechselrate, -feuchte, -geschwindigkeit, Temperatur (normalerweise 23 °C) und Raumbeladung. Dazu wird die Emissionskammer-Atmosphäre auf einem Adsorbens gesammelt und anschliessend das beladene Adsorbens mittels Thermodesorption-GC/MS (TD-GC/MS) analysiert. Parallel dazu können die Gesamtemission während der Prüfkammermessung mit einem online-FID aufgezeichnet und die Ergebnisse der TD-GC/MS-Analyse somit verifiziert werden.

Das Thermoextraktions-Verfahren (Bild 2), bei der kleine Proben in definierter Geometrie und kontrolliertem Luftstrom bei Raumtemperatur untersucht werden, ist vom Prinzip her einer Emissionskammer ähnlich. Die Thermodesorption zur Analyse von Materialausgasungen ist ebenfalls weit verbreitet. Bei diesem Verfahren wird ein kleiner Teil des Prüfkörpers – üblicherweise wenige Milligramm – direkt mittels Thermodesorption-GC/MS analysiert. Vergleichsweise hohe Probenentemperaturen von 90 °C, wie beispielsweise in der VDA 278 [2] beschrieben, sind durchaus üblich.

Bei solchen Analyseverfahren, die zum Teil bei stark erhöhten Probenentemperaturen arbeiten, steht weniger das Emissionsverhalten von einzelnen Materialien während der Nutzung im Vordergrund, sondern eigentlich das «total outgassing». Dabei sollen die Bestandteile detektiert und identifiziert werden, die prinzipiell aus einem Material ausgasen und gegebenenfalls als «airborne molecular contaminations» prozessschädigend sein können.

Für Fussbodenbeschichtungen stellen solche Hochtemperaturverfahren, bei denen die Prüftemperatur weit über der Gebrauchs-



## Bionik der Dekontamination

### Technik, Sterilisation und Maschinenbau im perfekten Einklang

Ortner ist Ihr Equipment- und Anlagenpartner überall dort wo es um Reinheit in Mikrobiologie oder Partikel geht.

#### Neueste Entwicklungen zu den Themen:

- Personendekontamination in der Schleuse
- Isolatoren
- Dekontamination von Gefriertrocknern
- Transportsystemlösungen für Pharma- und Life Science

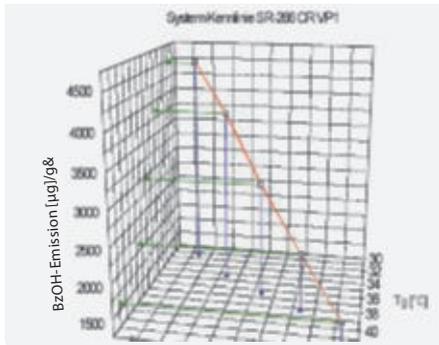
aus dem Hause Ortner können Sie vom 16. bis 18. März 2010 auf der Lounge und vom 27. bis 29. April 2010 auf der Technopharm erleben.

**Wir freuen uns auf Ihren Besuch.**

**ortner**  
cleanrooms unlimited

Ortner Reinraumtechnik GmbH  
Uferweg 7 • A 9500 Villach • Tel: +43 4242 311660-0  
Fax: +43 4242 311660-4 • reinraum@ortner-group.at  
www.ortner-group.at

www.ortner.com



**Bild 3: Systemkennlinie einer Zweikomponenten-Epoxidharz-Bodenbeschichtung.**

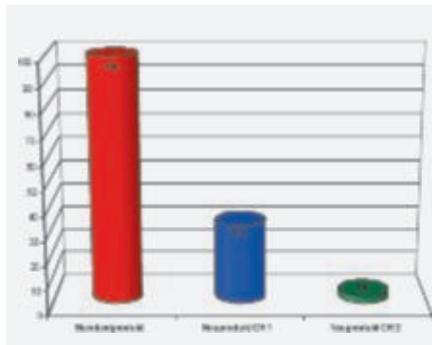
Bild: Sika Deutschland GmbH

temperatur liegt, in mehrerer Hinsicht eine harte Prüfung dar. Die Probentemperatur, bei der gemessen wird, liegt weit über der Glasübergangstemperatur der Beschichtung, wodurch sich die Materialeigenschaften dramatisch verändern. Bei solchen Verfahren, bei denen die Probe in Form eines Spans aus einem Prüfkörper entnommen wird, spielt die Problematik der offenen Kanten eine grosse Rolle. Die Emission erfolgt in solchen Fällen über eine undefinierte Oberfläche des Prüflings, während im realen Einbauzustand eines Fuss-



**Bild 5: Prüfstand «Material Inspec», entwickelt vom Fraunhofer IPA.**

Bild: Udo Gommel, Fraunhofer IPA



**Bild 4: Emission von Zweikomponenten-Epoxidharzfussböden, gemessen nach VDA 278.**

Bild: Sika Deutschland GmbH

bodens die VOC-Emission nur über seine Oberfläche erfolgen kann <sup>[3]</sup>.

#### Hauptemittenten und Emissionsminderung

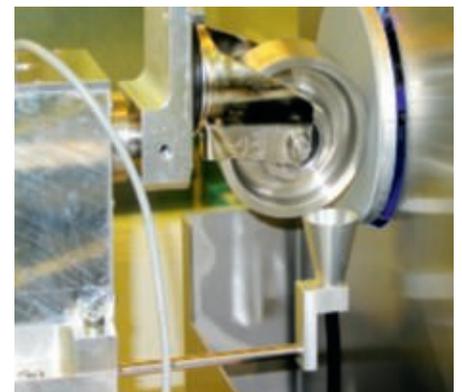
Zunächst scheint es unverständlich, dass auch lösungsmittelfreie Beschichtungen, die den Stand der Technik darstellen, auf steigende VOC-Anforderungen hin entwickelt werden müssen. Denn zum einen sind die Definitionen von Lösungsmittel und VOC nicht dieselben: In der TRGS 610 <sup>[4]</sup> ist ein Lösungsmittel als flüchtige organische Verbindung mit einem Siedepunkt (bei Normaldruck) von  $\leq 200^\circ\text{C}$  festgelegt, wohingegen die VOC-Definition grundsätzlich alle flüchtigen organischen Verbindungen mit einem Siedepunkt von  $\leq 250^\circ\text{C}$  einschliesst <sup>[5]</sup>. Zum anderen kennt oftmals nur der Reinraumbetreiber selbst diejenigen Emittenten, die in seinem Prozess störend sind.

Die VOC-Emission von Zweikomponenten-Epoxidharzbeschichtungen wird massgeblich von Benzylalkohol bestimmt (Tabelle 3). Durch Reaktivverdünner eingebrachte Verunreinigungen an langkettigen Alkoholen und durch Additive eingeschleppte Mengen an «echten» Lösungsmitteln sind nicht massgeblich <sup>[3]</sup>. Die wesentlichen Zusammenhänge und Einflussmöglichkeiten auf die Emission von Benzylalkohol zeigt die Sys-

temkennlinie einer Modellformulierung. Hier wurden der Benzylalkoholgehalt variiert und die Emissionen jeweils mittels TD-GC/MS bei  $90^\circ\text{C}$  bestimmt. So kann für industrieeübliche Zweikomponenten-Epoxidharz-Fussbodenbeschichtungen ein linearer Zusammenhang zwischen Benzylalkoholgehalt, Glasübergangstemperatur und Benzylalkoholemission gefunden werden (Bild 3). Durch gezielte Neuformulierungen ist es möglich, den Benzylalkoholgehalt zu reduzieren und emissionsreduzierte, marktreife Zweikomponenten-Epoxidharz-Bodenbeschichtungen zu entwickeln. Unter weitgehender Beibehaltung der gewohnten Applikationseigenschaften kann die Gesamtemission dieser Neuprodukte gegenüber bisherigen Standardprodukten auf ein Drittel bis hin zu einem Dreissigstel abgesenkt werden (Bild 4).

#### Partikelemission und deren Messung

Immer dann, wenn unter mechanischer Beanspruchung von Werkstoffen oder Bauteilen Abrieb entsteht, sind diese eine Quelle für Partikelemissionen. Dies gilt naturgemäss



**Bild 6: Für die Untersuchung von Fussbodenmaterialien eignet sich der sogenannte Rolle-Scheibe-Test. Er simuliert die Belastung von Bodenbeschichtungen oder Bodenbelägen durch fahrbare Gerätschaften. Die unter der Belastung erzeugten Partikel werden kontinuierlich in einem optischen Partikelzähler gemessen.**

Bild: Udo Gommel, Fraunhofer IPA

## Neu bei FAUST Laborbedarf AG



FAUST Laborbedarf AG  
CH-8201 Schaffhausen  
Tel. 052 630 01 01  
Fax 052 624 02 29  
info@faust.ch  
www.faust.ch



Zellkulturflaschen  
Zellkulturröhrchen  
Serologische Pipetten  
Zellkulturschalen  
Zentrifugenröhrchen  
Kryoröhrchen  
Vakuumfiltereinheiten

ILMAC  
Halle 1.1 / Stand A38

Produkt	TVOC in g/g (Toluoläquivalente)	Davon Benzylalkohol in % des TVOC
Verkaufsprodukt 1	9356	100
Verkaufsprodukt 2	8423	100
Verkaufsprodukt 3	7602	81

**Tabelle 3: Emissionen einer Zweikomponenten-Epoxidharz-Modellformulierung, gemessen nach VDA 278.**

auch für Industriefussböden, bei denen typische Belastungsszenarien wie das Befahren mit Hubwagen oder der Abrieb durch Stuhlrollen zur Entstehung von Partikeln führen.

Bislang stand weltweit kein standardisiertes Verfahren zur Bestimmung der Reinheitstauglichkeit von Werkstoffen zur Verfügung. Das Industriekonsortium Cleanroom Suitable Materials (CSM), das vom Fraunhofer Institut Produktionstechnik und Automatisierung – kurz Fraunhofer IPA – ins Leben gerufen wurde, befasst sich mit diesen Fragestellungen<sup>[6]</sup>. Die Sika Deutschland GmbH ist seit 2005 Mitglied in CSM.

Das Fraunhofer IPA hat den Prüfstand Material Inspec (Bild 5) entwickelt, mit dem standardisierte Partikelemissionstests verschiedenster Werkstoffpaarungen durchgeführt werden können. Damit kann die Reinraumtauglichkeit von Werkstoffen bewertet und ein Vergleich verschiedener Werkstoffpaarungen erzielt werden. Anhand der Messergebnisse ist dann eine Bewertung der Partikelemission in Bezug auf die Luftreinheitsklassen nach EN ISO 14644-1 möglich.

Für die Untersuchung von Fussbodenmaterialien eignet sich der sogenannte Rolle-Scheibe-Test (Bild 6) in besonderem Mass. Dieser Test simuliert die Belastung von Bodenbeschichtungen oder Bodenbelägen durch fahrbare Gerätschaften. Der Grundkörper besteht aus einer Aluminiumscheibe, die mit dem zu untersuchenden Fussbodenmaterial beschichtet ist. Der Gegenkörper besteht aus einem Polyamidrad, das mit einer definierten Normalkraft auf die rotierende Scheibe gepresst wird. Die unter der Belastung erzeugten Partikel werden kontinuierlich in einem optischen Partikelzähler gemessen. Aus den Versuchen lassen sich Erkenntnisse gewinnen zur Charakterisierung des Partikelemissionsverhaltens, der Grössenverteilung der emittierten Partikel sowie die absolute Anzahl an emittierten Partikeln, anhand derer die ISO-Klassifizierung vorgenommen wird.

## Fazit

Durch gezielte Neuentwicklungen können auch Baumaterialien wie Fussbodenbeschichtungen einen Beitrag zur Verminderung luftgetragener molekularer Kontamination und Partikelemission leisten. Gerade die Entwicklung emissionsarmer Zweikomponenten-Epoxidharz-Bodenbeschichtungen ist eine besondere Herausforderung, da dort der formulierungstechnisch extrem wichtige Rohstoff Benzylalkohol als Hauptemittent vermieden werden muss. Weitere Entwicklungsschritte hin zu nahezu VOC-freien Zweikomponenten-Epoxidharz-Bodenbeschichtungen wurden bereits realisiert und in marktreife Produkte umgesetzt, wobei hier komplett neue Technologien zum Einsatz kamen.

Die im Industriekonsortium Cleanroom Suitable Materials (CSM) entwickelte standardisierte Methode zur Partikelemissionsmessung von Werkstoffen ist auch auf Fussbodenbeschichtungssysteme anwendbar. Dadurch ist es zum allerersten Mal möglich, die Partikelemission von Fussbodenbeschichtungen zu untersuchen und schliesslich belastungsabhängig zu charakterisieren. Die Ergebnisse der Partikelemissionsmessung erlauben die direkte Einordnung von Materialien in ISO-Klassen.

Damit wird Transparenz geschaffen, was dem Nutzer die Möglichkeit eröffnet, verschiedene Werkstoffe und auch verschiedene Produkte

auf der Grundlage objektiver Messergebnisse miteinander zu vergleichen.

Die Neuentwicklung Sikafloor 266 CR wurde bereits erfolgreich bezüglich Ausgasung und Partikelemission untersucht und vom Fraunhofer IPA als reinraumtaugliche Fussbodenbeschichtung zertifiziert.

## Literatur

- [1] DIN EN ISO 14644: «Reinräume und zugehörige Reinraumbereiche»
- [2] VDA 278 (Ausgabe 2002-09): «Thermodesorptionsanalyse organischer Emissionen zur Charakterisierung von nichtmetallischen Kfz-Werkstoffen»
- [3] C. Zilg, J. Grötzinger, «VOC-Reduktion in harzbasierenden Industriefussböden: Hauptemittenten, deren Bestimmung und Vermeidung»; 6. Internationales Kolloquium Industrieböden '07; Technische Akademie Esslingen
- [4] Technische Regel für Gefahrstoffe 610: «Ersatzstoffe und Ersatzverfahren für stark lösemittelhaltige Vorstriche und Klebstoffe für den Bodenbereich», Ausgabe März 1998 BArGBL, Heft 5/1998.
- [5] Seifert, B. (1999), «Richtwerte für die Innenraumluft: TVOC», Bundesgesundheitsblatt 42 [3], 270–278.
- [6] Dr.-Ing. Udo Gommel, Fraunhofer IPA; Abteilung Reinst- und Mikroproduktion, Telefon +49 (0) 711/970-1633, udo.gommel@ipa.fraunhofer.de

## Weitere Informationen

Sika Schweiz AG  
Tüffenwies 16  
CH-8048 Zürich  
Telefon +41 (0) 58 436 40 40



Messtechnik und -service

- Reinraumqualifizierung
- Filtersystem-Integritätstest
- Instandhaltung und Sanierung
- Strömungsvisualisierung

Prozessvalidierung

- Qualifizierung von thermischen Prozessen

Dienstleistungen

- Qualitätssicherungsmassnahmen
- Validierungsvorschriften
- Arbeitsvorschriften
- Kundenseminare und Workshops

Kalibrierservice

- Vertrieb von CLIMET-Partikelzähler und deren Kalibrierung
- Kalibrierung von physikalischen Messgeräten



CAS Clean-Air-Service AG  
CH-9630 Wattwil  
T +41 (0)71 987 01 01

CAS Clean-Air-Service AG  
D-52134 Herzogenrath  
T +49 (0)2407 5656 - 0

CAS Clean-Air-Service AG  
A-6020 Innsbruck  
T +43 (0)512 390 500

[www.cas.ch](http://www.cas.ch)

Besuchen Sie uns:  
ILMAC 2010, Basel  
Halle 1, Stand E04  
vom 21. – 24. 9. 2010